

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-228280

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月24日

(51) Int.Cl.* 識別記号
 C 3 0 B 15/00
 C 0 1 B 33/02

F I
 C 3 0 B 15/00
 C 0 1 B 33/02

Z
 E

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-22866
 (22) 出願日 平成10年(1998) 2月4日

(71) 出願人 000005049
 シャープ株式会社
 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号
 (71) 出願人 000186843
 昭和アルミニウム株式会社
 大阪府堺市海山町 6丁224番地
 (72) 発明者 五十嵐 万人
 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
 ャープ株式会社内
 (72) 発明者 布居 徹
 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ
 ャープ株式会社内
 (74) 代理人 井理士 岡田 和秀

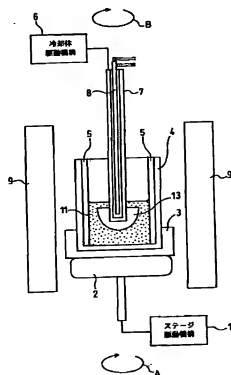
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン結晶成長装置

(57) 【要約】

【課題】シリコン湯面上の浮遊物を取り除くことにより高純度のシリコン結晶成長を行う。

【解決手段】バッフル板5をその上側がルツボ4の回転方向前方側になるように傾斜した状態でルツボ4の内周面に取り付けたうえで、ルツボ4を回転させる。これにより、バッフル板5の液流形成作用でルツボ4の内周面に沿って下に向かう溶融シリコンの流れを生じさせて湯面中央部に浮遊する浮遊物をルツボの内周面側に引き寄せる。さらに、バッフル板5をその先端5b側が基端5aよりルツボ回転方向前方側になるように傾斜した状態でルツボ4に取り付けることにより、湯面浮遊物を、ルツボ4の内周面とバッフル板5との間に形成された袋小路状の空間12に閉じこめる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶成長用の原料シリコンを溶融させる容器を備えたシリコン結晶成長装置であって、前記容器内の溶融シリコンに、容器内周面に沿って上から下に向かう流れを生じさせる手段と、前記流れに沿って溶融シリコン中を移動する溶融シリコンの不純物を容器内周面側で保持する手段と、を備えることを特徴とするシリコン結晶成長装置。

【請求項2】 結晶成長用の原料シリコンを溶融させる容器を備えたシリコン結晶成長装置であって、前記容器を、上下方向に沿って容器内に設けた回転軸回りに回転させる回転手段を有するとともに、前記容器の内周面には、容器の上下方向に沿った凸条を有しており、かつ、前記凸条は、凸条の上側が下側に比べて容器回転方向の前方側になるように前記回転軸に対して傾斜した状態で容器内周面に設けられているとともに、前記凸条もしくは容器内周面には、溶融シリコン中の不純物を保持する手段が設けられていることを特徴とするシリコン結晶成長装置。

【請求項3】 結晶成長用の原料シリコンを溶融させる容器を備えたシリコン結晶成長装置であって、前記容器を容器上下方向に沿って設けた回転軸回りに回転させる回転手段を備えているとともに、前記容器の内周面には、前記回転軸の軸心方向に沿った条が設けられており、前記凸条は、凸条の先端側が基端側に比べて容器回転方向の前方側になるように容器径方向に対して傾斜し、かつ、凸条の上側が下側に比べて容器回転方向の前方側になるように前記回転軸に対して傾斜した状態で、容器内周面に設けられていることを特徴とするシリコン結晶成長装置。

【請求項4】 請求項3記載のシリコン結晶成長装置であって、前記回転手段は、シリコン結晶成長前に、前記容器を回転させるものであることを特徴とするシリコン結晶成長装置。

【請求項5】 請求項3記載のシリコン結晶成長装置であって、前記凸条を着脱自在に前記容器に設けることを特徴とするシリコン結晶成長装置。

【発明の詳細な説明】
【0001】
【発明の属する技術分野】本発明は、回転固化精製法等によりシリコンの結晶を成長させるシリコン結晶成長装置に関する。

【0002】
【従来の技術】従来から、金属級シリコンからシリコンの結晶を成長させる（精製する）装置として、特開昭63-45112号公報に記述された回転固化精製法を用

いた装置が知られている。このシリコン結晶成長装置は、電界炉内に配置したルツボで金属級（粗製）シリコンを溶融させたうえで、ルツボ内の溶融シリコン中に筒状の回転冷却体を浸漬する。そして、この回転冷却体の中に冷却流体を送り込みながら回転冷却体を回転させ、回転冷却体の外周面に高純度のシリコンの結晶を成長させることでシリコンを精製するようになっている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上述したシリコンの結晶成長装置においては、しばしば、溶融シリコン中の不純物が浮遊物となって留まってしまうことが起きる。すなわち、精製対象が低純度金属級シリコンである場合は、シリコンよりも比重の軽いSiC等の不純物が溶け残り、湯面上に浮遊物となって浮遊する。また、精製対象が、スラグ処理により不純物元素を低減した高純度金属級シリコンである場合は、除去されなかったスラグ成分の不純物が溶け残り、不純物のうち、比重の軽いものは溶融シリコンの湯面上に浮遊物となって浮遊する。

【0004】こうした湯面浮遊物が発生した場合には、湯面浮遊物が不純物元素を含んでいるために、精製されたシリコンの塊中にこれを取り込まれてその精製シリコン塊中の不純物濃度が高くなるという問題がある。さらには、回転冷却体をルツボ内の溶融シリコン中に浸漬した際に湯面浮遊物が回転冷却体に付着して、高純度の溶融シリコンが凝固する際の核生成サイトの不均一性を生じさせる。核生成サイトの不均一性は凝固条件に影響を与えるために結晶成長のコントロールが困難になるという問題を生じさせる。

【0005】このような不純物の浮遊現象は、回転固化精製法だけではなく、低純度金属級シリコンをCZ法とかリボン引き上げ法で精製する場合においても同様が生じる。

【0006】湯面浮遊物はルツボから除去すればよいのであるが、その除去方法としては溶融シリコン中からその湯面浮遊物を直接すくいとるか、評価させる、あるいはまた、湯面浮遊物を一度凝固させてから湯面付近にある部分を取り除くなどの方法が考えられる。しかしながら、このような除去方法を実施するためには、溶融シリコンをすくいとる機構とか評価機構などを設けなければならない。これらの機構を設置する分、スペースが必要となるので、このシリコン精製装置を密閉するチャンパーが大型化してしまうという不都合を生じさせる。また、湯面浮遊物を一度凝固させる場合には、凝固させた浮遊物を取り除いたのち、冷えて固まり始めた溶融シリコンを再溶融させる必要があるが、このような再溶融プロセスを設けることは、再溶融のためのエネルギーを要するため、結晶成長の高コスト化を招くという不都合があった。

【0007】したがって、本発明の目的は、上述、再溶融などの特別な工程・機構を用いることなく、結晶成長

3

を行いながら、溶融シリコンの湯面上の浮遊物を取り除くことができるシリコン結晶成長装置を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明は、次の構成を有している。

【0009】本発明の請求項1に記載の発明は、結晶成長用の原料シリコンを溶融させる容器を備えたシリコン結晶成長装置であって、前記容器内の溶融シリコンに、容器内周面に沿って上から下に向かう流れを生じさせる手段と、前記流れに沿って溶融シリコン中を移動する溶融シリコンの不純物を容器内周面側で保持する手段とを備えることに特徴を有している。このような構成を備えることで、本発明は次のような作用を有する。すなわち、容器内周面に沿って下に向かう溶融シリコンの流れが生じると、湯面中央部に浮遊する浮遊物は容器の内周面に引き寄せられて、結晶成長を行う容器中央部から、湯面浮遊物を取り除かれることになる。さらには、容器内周面に到達した湯面浮遊物は保持する手段により保持されるので、容器中央部に再移動することがなくなる。

【0010】本発明の請求項2に記載の発明は、結晶成長用の原料シリコンを溶融させる容器を備えたシリコン結晶成長装置であって、前記容器を、上下方向に沿って容器内に設けた回転軸回りに回転させる回転手段を有するとともに、前記容器の内周面には、容器の上下方向に沿った凸条を有しており、かつ、前記凸条は、凸条の上側が下側に対して傾斜した状態で容器内周面に設けられているとともに、前記凸条もしくは容器内周面には、溶融シリコン中の不純物を保持する手段が設けられていることに特徴を有している。このような構成を備えることで、本発明は次のような作用を有する。すなわち、凸条をその上側が容器回転方向の前方側になるように傾斜した状態で容器に取り付けているので、容器を回転させると、凸条の液流形成作用により容器内周面に沿って下に向かう溶融シリコンの流れが生じる。そのため、湯面中央部に浮遊する浮遊物は、この流れに乗って容器の内周面側に引き寄せられて、結晶成長を行う容器中央部から、湯面浮遊物を取り除かれることになる。さらには、容器内周面に到達した湯面浮遊物は保持する手段により保持されるので、容器中央部に再移動することがなくなる。

【0011】本発明の請求項3に記載の発明は、結晶成長用の原料シリコンを溶融させる容器を備えたシリコン結晶成長装置であって、前記容器を容器上下方向に沿って設けた回転軸回りに回転させる回転手段を備えているとともに、前記容器の内周面には、前記回転軸の軸心方向に沿った凸条が設けられており、前記凸条は、凸条の先端側が基端側に対して容器回転方向の前方側になるよ

4

うに容器径方向に対して傾斜し、かつ、凸条の上側が下側に比べて容器回転方向の前方側になるように前記回転軸に対して傾斜した状態で、容器内周面に設けられていることに特徴を有している。このような構成を備えることで、本発明は次のような作用を有する。すなわち、凸条をその上側が容器回転方向の前方側になるように傾斜した状態で容器に取り付けているので、容器を回転させると、凸条の液流形成作用により容器内周面に沿って下に向かう溶融シリコンの流れが生じる。そのため、湯面中央部に浮遊する浮遊物を容器の内周面側に引き寄せ、結晶成長を行う容器中央部から、湯面浮遊物を取り除くことができる。さらには、凸条をその先端側が容器回転方向の前方側になるように傾斜した状態で容器に取り付けることにより、湯面浮遊物を、容器内周面と凸条との間に形成された袋小路状の空間に閉じ込めることができるので、この空間に閉じ込めた湯面浮遊物が容器中央部に再移動することがなくなる。

【0012】本発明の請求項4では、請求項3に係るシリコン結晶成長装置であって、前記凸条は、シリコン結晶成長前に、前記容器を回転させるものであることに特徴を有している。このような構成を備えることで、本発明は次のような作用を有する。すなわち、シリコン結晶成長前に、容器を回転させることで、溶融シリコン中の不純物を除去しておけば、そののちに成長させるシリコン結晶に対する不純物の悪影響を未然に防止することができる。

【0013】本発明の請求項5では、請求項3に係るシリコン結晶成長装置であって、前記凸条を着脱自在に前記容器に設けることに特徴を有している。このような構成を備えることで、本発明は次のような作用を有する。すなわち、凸条は、着脱自在に容器に取り付けることにより、原料シリコンの不純物含有量、結晶成長条件に応じて、凸条のサイズ、取り付け角度を選択することができる。また、容器を凸条と一体成形するよりも加工が容易なため、容器製造のコストを低くすることができる。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明の一実施の形態であるシリコン精製装置について図1ないし図4を参照して詳細に説明する。

【0015】このシリコン精製装置は、ステージ駆動機構1によって矢印A方向に回転可能とされたステージ2を備えている。ステージ2の回転速度はシリコンの精製に合わせて任意に可変可能となっている。ステージ2の上にはルツボ台3が設置されている。ルツボ台3は、ステージ2の上から脱落しないように設置され、かつ、後述するルツボ4の外形に合わせて周縁が立ち上げられている。ルツボ台3の上には、石英、ポロニウムイオン、グラファイトカーボン（好ましくは高純度のグラファイトカーボン）で構成されたルツボ4が搭載されている。ルツボ4は底面が閉じられるとともに、上面が解放

された円筒形状をしている。ルツボ4はその円筒軸心をステージ2の回転軸に一致させた状態でルツボ台3に搭載されている。これにより、ルツボ4は、その円筒中心軸を回転軸にしてステージ2と同じ回転方向に回転可能となっている。

【0016】ルツボ4の内周面には1枚または複数枚のバッフル板（請求項における凸条に相当する）5がルツボの周方向に沿って、好ましくは互いに等間隔、本実施の形態では周方向90度間隔に取り付けられている。バッフル板5は、短冊型の平板形状をしており、その長手方向を、ルツボ4の上下に沿わせた状態で取り付けられている。なお、本実施の形態ではバッフル板5の枚数は4枚であるが、この枚数に限定されるものではなく、例えば1枚でも構わないが、好ましくは複数枚あればよい。バッフル板5はルツボ4と同等の耐熱素材で構成されており、好ましくは、ルツボ4と同じ材料で構成されている。

【0017】ルツボ4内には冷却体駆動機構6のより矢印B方向に回転する中空構造の回転冷却体7が挿入されている。回転冷却体7の中空内部には冷却用ガスの一例として例えば窒素ガス（N₂）を冷却ガスとして流すノズル8が装備されている。ルツボ4の周囲には加熱体、本実施の形態では例えば抵抗式加熱体9が設置されている。本実施の形態では抵抗加熱体9であるが、これに限定されるものではなく、単なるヒータであっても構わない。この抵抗加熱体9を駆動する駆動装置の図示は省略している。

【0018】このシリコン結晶成長装置は、バッフル板5の構造に特徴がある。すなわち、図2、図3に示すように、ルツボ4の内周面に取り付けられるバッフル板5の一端を基端5aとし、この基端5aの反対側に位置して、ルツボ4内に突出する一端を先端5bとする。すると、ステージ2の回転方向（すなわち、ルツボ4の回転方向）Aに対して、先端5bが基端5aより前方になるように、バッフル板5は、ルツボ4の径方向に対して傾いて取り付けられている。

【0019】さらには、ルツボ4の上面側に位置するバッフル板5の一端を上端5cとし、ルツボ4の底面側に位置するバッフル板5の一端を下端5dとする。すると、ステージ2の回転方向（すなわち、ルツボ4の回転方向）Aに対して、下端5cが下端5dより前方になるように、バッフル板5は、ルツボ4の円筒軸心に対して傾いて取り付けられている。

【0020】このように構成されたバッフル板5は、例えば、次のようにしてルツボ4に取り付けられる。すなわち、図4に示すように、ルツボ4の上端面に、上方が開放された切欠4aが形成されている。一方、バッフル板5の上端5cに、切欠4aに係合する突起5eが形成されている。さらに、切欠4aの底面、および突起5eには、上下方向に沿って取付孔4b、5fが形成されて

いる。取付孔5fは突起5eを貫通して形成する。また、これら取付孔4b、5fは、切欠4aに突起5eを嵌め込むと、互いに一致する位置に形成されている。そして、切欠4aに突起5eを嵌め込んだうえで、取付孔5fから取付孔4bにわたってピン10を差し込み、これによってバッフル板5をルツボ4に固定する。

【0021】上述した構成を備えたシリコン結晶成長装置は、不活性ガス例えばArガス雰囲気によってシーリングされた図示されていない密閉チャンバー内に設置される。

【0022】以下に、上記シリコン結晶成長装置を用いたシリコンの精製方法を具体数値を挙げて説明する。この精製方法の実施に際しては、内径が15mm、高さが250mmのルツボ4を使用した。

【0023】まず、ルツボ4内に7kgの粗製金属級のシリコンを入れ抵抗加熱体9によってそのシリコンをルツボ4内で1550℃まで昇温して溶解する。シリコンが完全に溶解した後、抵抗加熱体9による加熱を制御して1450℃まで温度を下げた状態でその溶解状態を保持する。このとき、ステージ駆動機構1を駆動させず、したがって、ルツボ4は回転しない。なお、図1中、符号11は溶融したシリコンである。

【0024】このようにして溶融させた溶融シリコン11の表面のほとんどは浮遊物で覆われており、この浮遊物は、シリコンを凝固させてその成分を分析したところ主成分はSi₂Cであった。なお、従来例と同様、このような浮遊物が生成した状態のままで結晶成長を行えば、得られるシリコン塊には表面浮遊物を取り込んでびつに膨らんだ箇所がみられることは、実験により確認している。

【0025】次に、ステージ駆動機構1を駆動してステージ2を回転させ、ルツボ4を2〜3rpmで回転させた。このとき、バッフル板5は、ルツボ4の回転方向（ステージ回転方向A）に対してその上端5cが下端5dより前方側に位置するように、回転軸心に対して傾いて取り付けられている。そのため、回転するバッフル板5による液流形成作用によりルツボ4内の溶融シリコン11には、ルツボ4の内周面に沿って下向きに流れる液流が生じる。このような液流が生じると、溶融シリコン11の湯面側では、湯面中央からルツボ4の内周面に向かう液流が生じ、湯面中央部で浮遊する浮遊物はこの液流に乗ってルツボ4の内周面側にゆっくりと移動する。

【0026】このとき、バッフル板5は、ルツボ4の回転方向（ステージ4の回転方向）Aに対して、先端5bが基端5aより前方に位置するように、ルツボ4の径方向に対して傾いて取り付けられている。そのため、バッフル板5とルツボ4の内周面との間には、溶融シリコン11の液流に対して、袋小路状となる空間12（図2、図3参照）が形成されることになる。したがって、湯面中央からルツボ4の内周面に向かう溶融シリコン11の

液流に乗って湯面中央部からルツボ4の内周面側に移動してきた湯面浮遊物は空間12内に閉じこめられ、ルツボ4の内周面やバッフル板5に付着することになり、ルツボ4の中央部では、湯面浮遊物が徐々に減少していく。

【0027】ルツボ4内の湯面中央部において湯面浮遊物がほとんど存在しなくなったところでルツボ4の回転を停止し、回転冷却体7を溶融シリコン11に浸漬する。そして、浸漬した回転冷却体7を周速2000cm/minで回転させ、この状態を15分間保持することで、回転冷却体7の外表面にシリコン結晶13を晶出させる。なお、この説明では、シリコン結晶13の晶出操作時（回転冷却体7の浸漬/回転操作時）において、ル*

*ツボ4の回転を停止させていたが、ルツボ4の回転を継続しながら、シリコン結晶13の晶出操作を行ってもよい。

【0028】本実施の形態のシリコン結晶成長装置を用いて成長させたシリコン結晶13の塊（本実施の形態品と称す）、および、ルツボ4の回転を行わない従来のシリコン結晶成長装置を用いて成長させたシリコン結晶の塊（従来例品と称す）、および原料に用いた金属級シリコン（原料品と称す）の3つのサンプルについてICP-発光法による含有不純物元素の定量分析を行った。分析結果を表1に示す。

【0029】

【表1】

（単位：ppmw）

	Fe	Cu	Tl	B	Ca	Al	P
本実施の形態品	<1	<1	<1	12	<1	<1	10
従来例品	300	12	3	14	210	30	15
原料品	1600	50	170	16	560	2600	31

【0030】このように、本実施の形態のシリコン結晶成長装置では、湯面浮遊物の影響を受けることなく、シリコンの結晶成長を行うことができ、高い精製効果を得ることができることがわかる。

【0031】なお、バッフル板5は、ルツボ4に対して着脱自在に取り付けることにより、原料シリコン、結晶成長条件によって用途にあったバッフル板5を選択することができる。また、一つのルツボ4に対して、形状の異なる複数のバッフル板5を取り付けることができるので、ルツボ4の形状が複雑化することなく、全体としての加工費用を低くすることができる。

【0032】なお、上述した実施の形態では、回転固化精製法を実施するシリコン結晶成長装置において、本発明を実施したが、本発明は、CZ法による単結晶引き上げ法、リボン引き上げ法等の他のシリコン結晶成長方法を実施する装置においても同様に実施できるものというまでもない。

【0033】また、上述した実施の形態では、直線状の平板からバッフル板5を構成して溶液流を形成していたが、さらに旋回のない溶液流を形成するために、バッフル板5を曲線状に形成してもよい。

【0034】さらに、上述した実施の形態では、ルツボ4の回転方向に対して、先端5bが基端5aより前方になるように、バッフル板5をルツボ4の径方向に対して傾いて取り付けることで、移動していた湯面浮遊物を保持していたが、図5に示すように、バッフル板5をルツボ4の径方向に沿って取り付けるとともに、バッフル板5の上端5cには、ルツボ4の回転方向前方側に位置するバッフル板5の側面に窪み14を形成し、この窪み14によって移動してきた湯面浮遊物を保持するようにしてもよい。なお、この窪み14は、バッフル板5よりルツボ4

20※ツボ4の回転方向の前方側に位置するルツボ内周面に設けても同様の湯面浮遊物保持効果を奏することができるものももちろんである。

【0035】さらに、上述した実施の形態では、ルツボ4とは別体としたバッフル板5から凸条を構成していたが、図6に示すように、ルツボ4と一体に凸条15を形成してもよいというまでもない。

【0036】さらにまた、上述した実施の形態では、ルツボ4の回転と、バッフル板5による液流形成作用により、溶融シリコン11に、ルツボ内周面に沿った下向きの溶液流を形成していたが、このような構成は、本発明の一例であって、ルツボ内周面に沿った下向きの溶液流を形成することができれば、どのような構成であってもよいというまでもない。

【0037】

【発明の効果】溶融シリコンの湯面浮遊物を容器中央部から取り除き、結晶成長への不純物の影響をなくすることができる。

【0038】また、凸条を容器に対して着脱自在に取り付けることにより、原料シリコン、結晶成長条件によって用途にあった凸条を選択することが容易であり、また、容器の加工費用を低くすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態であるシリコン結晶成長装置の概念図である。

【図2】実施の形態のシリコン結晶成長装置に用いるルツボ及びバッフル板の詳細を示す平面図である。

【図3】実施の形態のシリコン結晶成長装置に用いるルツボ及びバッフル板の詳細を示す斜視図である。

【図4】実施の形態のシリコン結晶成長装置に用いるバッフル板の取り付け部を示す図である。

(6)

特開平11-228280

10

【図5】バッフル板の変形例を示す要部拡大図である。
 【図6】ルツボに一体に形成した凸条を備えた変形例を示す要部拡大図である。

【符号の説明】

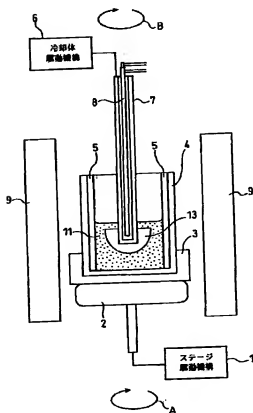
1 ステージ駆動機構
 ジ
 3 ルツボ台
 4 a 切欠
 5 バッフル板
 5 b 先端

2 ステー
 4 ルツボ
 4 b 取付孔
 5 a 基端
 5 c 上端

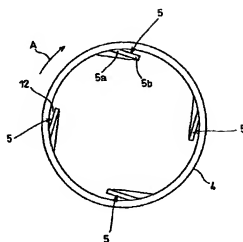
5 d 下端
 5 f 取付孔
 駆動機構
 7 回転冷却体
 9 抵抗加熱体
 11 溶融シリコン
 13 シリコン結晶
 15 凸条
 A ステージ回転方向
 10 却体の回転方向

5 e 突起
 6 冷却体
 8 ノズル
 10 ピン
 12 空間
 14 窪み
 B 回転冷

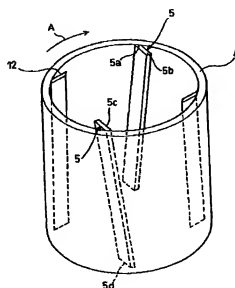
【図1】



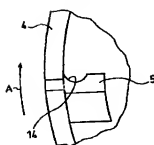
【図2】



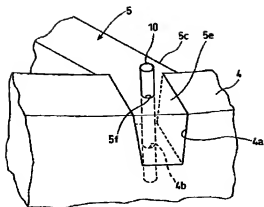
【図3】



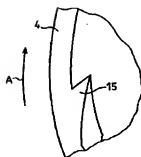
【図5】



【図4】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 大塚 良達
大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アル
ミニウム株式会社内

(72)発明者 張 進
大阪府堺市海山町6丁224番地 昭和アル
ミニウム株式会社内